

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL HIBRIDA Mg/Al-LDH TERIMOBILISASI ASAM PARA HIDROKSIBENZOAT

Lutfi Aditya Hasnowo^{1*}, Sri Juari Santosa², Bambang Rusdiarso²

1) Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir – BATAN, Yogyakarta, lutfi.aditya@batan.go.id

2) Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MATERIAL HIBRIDA MG/AL-LDH TERIMOBILISASI ASAM PARA HIDROKSIBENZOAT. Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi material hibrida Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB. Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB disintesis melalui sintesis tidak langsung dimana APHB diadsorpsi pada material Mg/Al-LDH. Optimasi sintesis material hibrida dilakukan dengan mengamati pengaruh konsentrasi molar APHB dan pH sintesis. Padatan hibrida hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrometer XRD dan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB optimum dilakukan pada pH 7. Berdasarkan model non linear isotherm Langmuir, diperoleh kapasitas Mg/Al-LDH untuk imobilisasi APHB adalah 62,16 mg g⁻¹, yang artinya per gram Mg/Al-LDH mengandung 62,16 mg g⁻¹ APHB, dengan nilai konstanta Langmuir (K_a) sebesar 0,31 L mg⁻¹. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa nilai parameter kisi a , kisi c dan *basal spacing* d_{003} hibrida Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB masing-masing 3,06; 23,70 dan 7,09 Å, dimana APHB berada di permukaan luar lapisan hibrida. Hal ini juga didukung oleh hasil identifikasi melalui spektroskopi FTIR bahwa terdapat gugus-gugus fungsi spesifik asam para hidroksibenzoat di material hibrida tersebut.

Kata kunci: Mg/Al-LDH, asam para hidroksibenzoat, kopresipitasi.

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF PHBA IMMOBILIZED Mg/Al-LDH HYBRID. It has been conducted the synthesis of *p*-hydroxybenzoic acid (PHBA) intercalated Mg/Al-LDH and PHBA immobilized Mg/Al-LDH hybrid. PHBA immobilized Mg/Al-LDH hybrid was prepared by indirect synthesis, where PHBA anions were attached on the surface of Mg/Al-LDH material. To obtain optimum synthesis condition of the hybrid, effect of medium acidity and molar concentration of PHBA have been examined. The synthesized hybrids were characterized by X-ray Diffraction and FT-IR Spectroscopy. The synthesis of the PHBA immobilized Mg/Al-LDH hybrid was optimum at pH 7. Langmuir isotherm model for the APHB immobilization by the materials Mg/Al-LDH hybrid has capacity 62.16 mg g⁻¹ with Langmuir (K_a) value 0,31 L mg⁻¹. Results showed that the PHBA immobilized Mg/Al-LDH hybrid has lattice parameter of $a=3.06$ Å, lattice parameter of $c=23.70$ Å and basal spacing $d_{003}=7.09$ Å, where PHBA was attached on the outer surface of the hybrid. Results of FTIR spectroscopy also showed that there were functional groups of APHB on those hybrid material.

Key words: Mg/Al-LDH, *p*-hydroxybenzoic acid, coprecipitation.

PENDAHULUAN

Kajian kimia material dalam bidang penelitian kimia mengalami perkembangan yang ekstensif. Kombinasi antara beberapa jenis material yang berbeda dapat menghasilkan material jenis baru, seperti memodifikasi suatu

material anorganik menggunakan senyawa organik dengan gugus fungsi tertentu [1]. Material yang terbentuk disebut material hibrida. Penggabungan senyawa anorganik dan senyawa organik menjadi material hibrida didasarkan pada tujuan akhir fungsi material tersebut. Salah satu material hibrida yaitu material hibrida berbasis *layered double*

hydroxides (LDH) dan senyawa organik dengan kemampuan tertentu.

LDH yang juga disebut dengan hidrotalsit merupakan hidroksida ganda terlapis terdiri atas lapisan *brucite-like* berdimensi 2 (2D) bermuatan positif. Muatan positif lapisan *brucite-like* dinetralkan oleh anion antar lapis yang mudah dipertukarkan. Adanya jaringan ikatan hidrogen antar lapisan LDH mengakibatkan terjadinya penumpukan lapisan-lapisan, sehingga menghasilkan LDH dalam bentuk ruah (*bulky*) yang mempunyai karakter tiga dimensi (3D). LDH mempunyai karakter unik, di samping mudah disintesis, mempunyai anion antar lapis yang mudah dipertukarkan, dan mempunyai luas permukaan yang besar. LDH juga mempunyai muatan total positif sehingga sering dimanfaatkan sebagai adsorben [2].

Pemanfaatan LDH sebagai adsorben banyak digunakan dalam proses penghilangan limbah logam berat. Dalam lingkup nuklir, adsorben berbasis LDH dimanfaatkan dalam proses adsorpsi limbah radioaktif. LDH yang dimodifikasi dengan polisulfida telah mampu mengadsorpsi uranium sebanyak lebih dari 95% dari uranium semula [3]. Selain itu, Feng (2016) juga melaporkan bahwa LDH yang dimodifikasi dengan tiosianat mampu memungut ulang uranium sebanyak 338,43 mg tiap gram adsorben [4]. Dalam proses pemanfaatan LDH sebagai adsorben, modifikasi LDH bertujuan meningkatkan efektivitas adsorben dalam proses pengambilan suatu spesies target atau menambah kemampuan tertentu dari LDH itu sendiri. Ada beberapa jenis modifikasi LDH, namun yang paling sering dikaji yaitu imobilisasi senyawa organik ke permukaan lapisan LDH. Penelitian mengenai imobilisasi LDH dengan senyawa organik tertentu telah banyak dilakukan. Fitriani (2013) melakukan imobilisasi asam galat pada Mg/Al-LDH untuk pengambilan $[\text{AuCl}_4]^-$. Hasil penelitian Fitriani (2013) adalah Mg/Al yang terimobilisasi oleh asam galat dapat mengadsorpsi sekaligus mereduksi $[\text{AuCl}_4]^-$ menjadi Au(0) [5].

Berbagai metode telah diterapkan dalam proses sintesis LDH. Salah satu metode yang mempunyai tingkat efisiensi dan efektifitas dalam mensintesis LDH adalah metode kopresipitasi.

Asam para hidroksibenzoat (APHB) merupakan senyawa turunan asam benzoat yang mempunyai gugus hidroksil (-OH) terikat pada

cincin aromatis. Keberadaan gugus hidroksil mengakibatkan APHB mempunyai sifat mereduksi. APHB mempunyai nilai potensial reduksi -0,5037 V [6]. Penelitian APHB sebagai reduktor pernah dilakukan oleh Maghfiroh (2015), dimana APHB digunakan sebagai agen pereduksi AgNO_3 menjadi Ag(0). Penelitian Maghfiroh (2015) menunjukkan bahwa APHB merupakan reduktor terbaik dalam proses reduksi Ag(I) menjadi Ag(0) dibandingkan dengan asam orto hidroksibenzoat dan asam galat. Nilai potensial reduksi Ag(I) sebesar +0,800 V sedangkan $[\text{AuCl}_4]^-$ sebesar +1,002 V [7]. Nilai potensial $[\text{AuCl}_4]^-$ lebih positif dibandingkan AgNO_3 sehingga diharapkan APHB juga dapat digunakan sebagai reduktor $[\text{AuCl}_4]^-$ menjadi Au(0).

Sintesis penggabungan dua jenis senyawa, yaitu LDH dan APHB diharapkan terbentuk material hibrida baru yang mempunyai kemampuan ganda dalam proses *removal* $[\text{AuCl}_4]^-$. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan sintesis material hibrida Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB melalui metode *indirect synthesis* dan karakterisasinya menggunakan *X-Ray Diffraction* dan *Fourier Transform Infrared Spectrometer*.

METODE

Preparasi Mg/Al-LDH

Sejumlah 12,821 g (0,05 mol) $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dicampur dengan 9,378 g (0,025 mol) $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, dan keduanya selanjutnya dilarutkan dalam 100 mL akuades bebas CO_2 . Ke dalam larutan tersebut ditambahkan larutan NaOH 0,5 M tetes demi tetes sampai larutan campuran mencapai pH 10 dan dilanjutkan dengan diaduk ± 30 menit sambil dialiri gas N_2 . Larutan campuran kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 120 °C selama 5 jam, selanjutnya didinginkan hingga proses pengendapannya sempurna. Endapan dipisahkan dari larutannya dengan cara *centrifuge*. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga pH netral dan disaring menggunakan kertas whatman no. kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 48 jam. Karakterisasi padatan hasil sintesis dilakukan dengan spektrometer FTIR untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi yang ada pada material hibrida dan difraktometer XRD untuk

menentukan tingkat kristalinitas dengan kisaran sudut 2θ yang digunakan antara $2-80^\circ$.

Imobilisasi asam para hidroksibenzoat pada Mg/Al-LDH

Pengaruh pH

Sebanyak 0,010 g Mg/Al-LDH diinteraksikan dengan 10 mL larutan APHB dengan konsentrasi 100 mg L^{-1} . Harga pH larutan divariasi dari pH 3; 5; 7; 9; dan 11 dengan cara menambahkan larutan HCl atau NaOH. Selanjutnya larutan digojog selama 90 menit, setelah itu disaring dengan kertas Whatman no. 42. Konsentrasi APHB dalam larutan diukur dengan spektrofotometer UV-Visibel pada panjang gelombang serapan maksimum.

Penentuan model isoterm adsorpsi.

Larutan APHB sebanyak 10 mL dengan pH optimum diinteraksikan pada 0,01 g Mg/Al-LDH pada variasi konsentrasi APHB 0; 10; 25; 50; 100; 200; 300 dan 400 mg L^{-1} . Selanjutnya digojog selama 90 menit, dan dilanjutkan penyaringan dengan kertas saring Whatman no. 42. Konsentrasi APHB dalam larutan diukur dengan spektrofotometri UV-Visibel pada panjang gelombang serapan maksimum.

Karakterisasi Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB.

Mg/Al-LDH sebanyak 0,010 g digunakan untuk mengadsorpsi 100 mL larutan APHB pada kondisi pH dan konsentrasi optimum dengan waktu kontak 90 menit. Endapan dipisahkan dari larutan dengan penyaringan menggunakan kertas saring whatman no. 42. Endapan selanjutnya dikeringkan dan dikarakterisasi menggunakan spektrometer FTIR untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi yang ada pada adsorben hibrida dan difraktometer XRD untuk menentukan tingkat kristalinitas dengan kisaran sudut 2θ yang digunakan antara $2-80^\circ$.

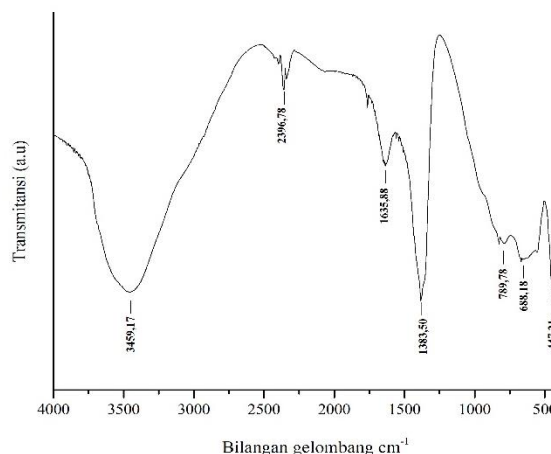
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis dan karakterisasi Mg/Al-LDH

Metode kopresipitasi digunakan dalam sintesis material Mg/Al-LDH, di man dalam penelitian ini digunakan perbandingan rasio mol Mg/Al sebesar 2:1 karena Mg/Al-LDH dengan rasio Mg/Al=2 mempunyai rapat muatan paling besar

pada antar lapisnya dibanding Mg/Al-LDH dengan rasio molar Mg/Al sebesar 2,5; 3; atau 3,5 [8].

Spektra FTIR hasil karakterisasi dari Mg/Al-LDH disajikan oleh Gambar 1. Analisis FTIR bertujuan untuk menentukan secara kualitatif gugus-gugus fungsional Mg/Al-LDH hasil sintesis.



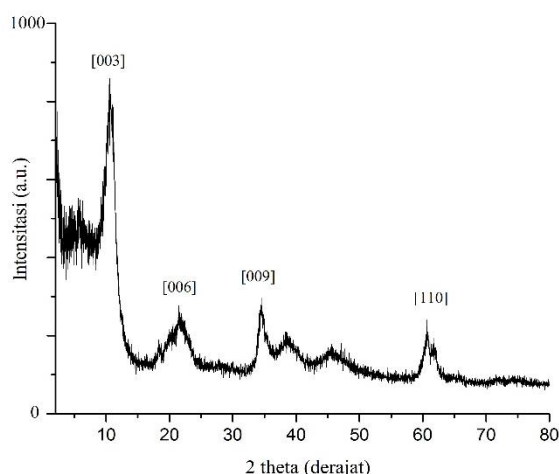
Gambar 1. Spektra FTIR Mg/Al-LDH

Berdasarkan Gambar 1 terlihat puncak serapan pada bilangan gelombang 447 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan Mg-O-Al pada struktur Mg/Al-LDH [9]. Serapan yang melebar pada bilangan gelombang di bawah 1000 cm^{-1} berhubungan dengan serapan Mg-OH atau Al-OH [10]. Pada bilangan gelombang 3459 cm^{-1} terdapat serapan kuat dan melebar yang menunjukkan vibrasi *stretching* O-H dari permukaan Mg/Al-LDH dan molekul air yang ada di daerah antar lapis Mg/Al-LDH. Selain itu, molekul air yang terdapat di daerah antar lapis Mg/Al-LDH juga ditunjukkan oleh puncak serapan pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} .

Adanya anion nitrat pada Mg/Al-LDH ditunjukkan oleh puncak serapan yang relatif kuat pada bilangan gelombang 1383 cm^{-1} yang merupakan vibrasi *stretching* N-O dari anion NO_3^- . Hal ini juga diperkuat dengan adanya puncak serapan pada bilangan gelombang 688 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi *bending* N=O.

Padatan Mg/Al-LDH juga dikarakterisasi dengan difraktometer XRD yang bertujuan untuk mengetahui karakteristik puncak-puncak utama. Dari Gambar 2 nampak muncul puncak difraksi (110) pada 2θ $60,54^\circ$ mengindikasikan bahwa lapisan Mg/Al-LDH telah terbentuk. Posisi puncak difraksi (110) dapat mengindikasikan nilai parameter kisi a ,

dimana parameter kisi Mg/Al-LDH yang dihasilkan dalam penelitian ini adalah 3.06 Å. Parameter kisi kristal a dari Mg/Al-LDH hasil sintesis ini konsisten dengan yang dihasilkan oleh [11]. Parameter kisi a pada LDH menunjukkan jarak antara dua gugus hidroksida yang berdekatan pada sisi lapisan yang sama atau menunjukkan jarak antara ion logam yang paling berdekatan yang ada di lapisan LDH.



Gambar 2. Difraktogram XRD Mg/Al-LDH

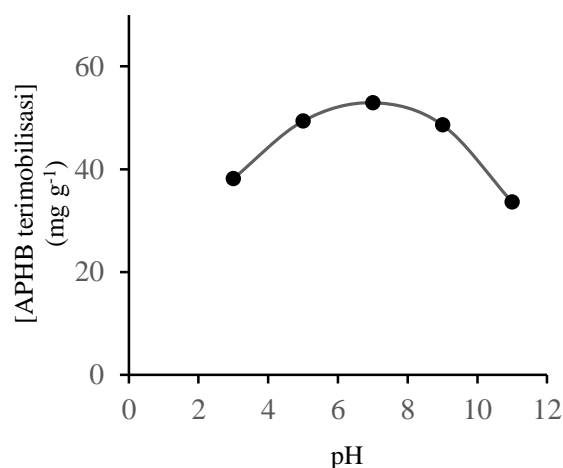
Tiga puncak utama lain yang mempunyai intensitas relatif tinggi muncul pada sudut difraksi 2θ 10,9; 21,22; dan 34,48 ° yang bersesuaian dengan harga d sebesar 8,11; 4,18; dan 2,59 Å. Data ini jika dibandingkan dengan harga data d Mg/Al-LDH hasil sintesis Xu dan Zeng (2001) terdapat kemiripan. Adanya anion nitrat pada antar lapis ini juga sesuai dengan yang dilaporkan oleh Xu dan Zeng (2001) bahwa Mg/Al-LDH yang mempunyai anion nitrat di daerah antar lapis memiliki d_{003} sebesar 8,08-8,95 Å [11].

Imobilisasi APHB pada Mg/Al-LDH Pengaruh keasaman

Setelah sintesis Mg/Al-LDH, tahapan berikutnya yaitu material Mg/Al-LDH yang dihasilkan diinteraksikan dengan larutan APHB. Untuk mempelajari pengaruh pH larutan terhadap imobilisasi, maka larutan APHB dibuat dalam beberapa pH. pH merupakan parameter keasaman yang sangat penting dalam proses imobilisasi APHB pada permukaan Mg/Al-LDH. Hal ini dikarenakan perubahan keasaman larutan dapat mempengaruhi perubahan muatan struktur kimia adsorben maupun spesies adsorbat dalam larutan [12]. Mg/Al-LDH akan stabil pada pH \geq

3, maka pada penelitian ini dibuat larutan APHB pada pH 3, 5, 7, 9, dan 11 [13].

Gambar 3 menunjukkan bahwa adsorpsi APHB pada material Mg/Al-LDH sangat dipengaruhi oleh pH. Hasil penelitian menunjukkan bahwa adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH mengalami peningkatan dari pH 3 sampai 7, di atas pH 7 yaitu sampai pH 11 adsorpsi APHB mengalami penurunan, sehingga dari penelitian ini pH optimum adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH terjadi pada pH 7. APHB memiliki $pK_{a1} = 4,57$ dan $pK_{a2} = 9,46$ sehingga seiring meningkatnya pH dari 4,5 sampai 9,5 maka spesies APHB yang bermuatan negatif akan dominan, dengan demikian jumlah APHB yang teradsorpsi di permukaan Mg/Al-LDH pun juga semakin banyak.



Gambar 3. Pengaruh pH terhadap imobilisasi asam para hidroksibenzoat pada Mg/Al-LDH

Dikaji dari sisi adsorben, Mg/Al-LDH memiliki nilai pH_{pzc} sebesar 12 [13, 14], yang menunjukkan bahwa di $pH \leq 12$ Mg/Al-LDH mempunyai permukaan yang bermuatan positif, akan tetapi proses adsorpsi APHB pada penelitian ini menunjukkan penurunan ketika pH medium meningkat di atas pH 7. Hal ini dikarenakan semakin meningkatnya pH maka Mg/Al-LDH semakin berkurang sifat positifnya. Selain itu, penurunan jumlah anion APHB yang teradsorpsi dimungkinkan karena adanya ion hidroksida yang berlebih di larutan yang mempunyai pH tinggi sehingga peluang anion APHB untuk berinteraksi dengan situs aktif yang Mg/Al-LDH berkurang.

Berdasarkan pengamatan dalam proses imobilisasi APHB pada Mg/Al-LDH yang ditunjukkan pada Tabel 1 terlihat bahwa terjadi

perubahan pH sebelum dan sesudah imobilisasi. Pada pH 3 sampai dengan 7, terjadi kenaikan pH setelah proses adsorpsi APHB yang dikarenakan pada pH rendah sampai dengan pH 7 permukaan Mg/Al-LDH terprotonasi dimana ion H^+ akan lebih banyak terdapat di permukaan Mg/Al-LDH yang berakibat pada naiknya pH larutan.

Tabel 1. Hasil pengukuran pH sebelum dan sesudah imobilisasi APHB pada Mg/Al-LDH

pH larutan sebelum imobilisasi	pH larutan setelah imobilisasi
3	5,57
5	6,02
7	7,34
9	8,11
11	8,77

Terprotonasinya permukaan Mg/Al-LDH sehingga bermuatan positif mengakibatkan banyak anion APHB yang teradsorpsi. Sebaliknya pada pH di atas 7, permukaan Mg/Al-LDH terdeprotonasi dimana

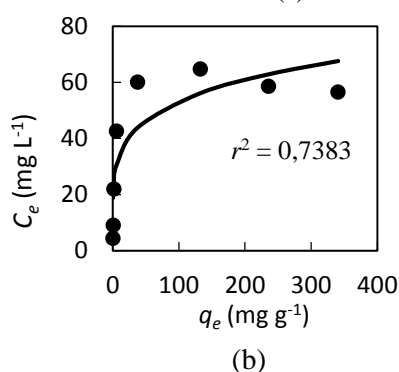
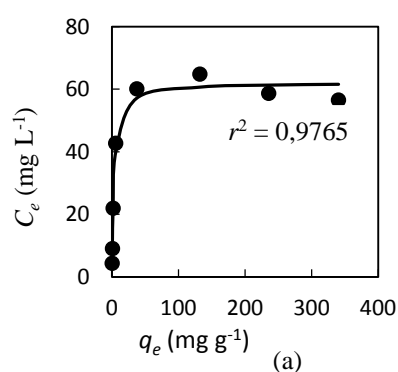
ion H^+ lebih banyak menyukai untuk berada di dalam larutan sehingga permukaan Mg/Al-LDH menjadi bermuatan negatif. Permukaan Mg/Al-LDH yang bermuatan negatif berakibat turunnya adsorpsi anion APHB dikarenakan adanya tolakan ionik antara permukaan Mg/Al-LDH dan anion APHB.

Kapasitas imobilisasi APHB pada Mg/Al-LDH.

Kapasitas adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH ditentukan menggunakan model isoterm adsorpsi. Isoterm adsorpsi dilakukan untuk mempelajari imobilisasi APHB pada 10 mg Mg/Al-LDH dengan melakukan variasi konsentrasi APHB pada kisaran 5-400 mg L^{-1} pada pH 7. Data adsorpsi kemudian ditransformasikan ke variabel-variabel yang sesuai dengan persamaan model non linear isoterm untuk mengevaluasi hasil pencocokan (*fitting*) data adsorpsi terhadap model isoterm Langmuir dan Freundlich.

Tabel 2. Parameter model nonlinear isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich

Model isoterm	R^2	K	n	q_{maks}
Langmuir	0,9765	0,31 $mg\ g^{-1}$	-	62,16 $mg\ g^{-1}$
Freundlich	0,7383	21,48 $mg\ g^{-1}$	5,08	-



Gambar 4. Plot data adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH dengan model: (a) isoterm Langmuir dan (b) isoterm Freundlich

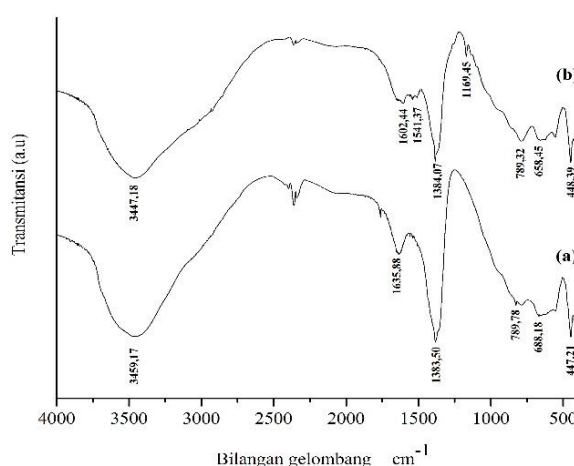
Tabel 2 dan Gambar 4 menunjukkan bahwa isoterm Langmuir lebih sesuai daripada isoterm Freundlich dengan data adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH, dimana nilai r^2 dari isoterm Langmuir jauh lebih besar dibandingkan nilai r^2 dari isoterm Freundlich. Dari hasil pencocokan data adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH dengan model non linear tersebut menunjukkan bahwa terdapat kemiripan dan konsistensi hasil antara model isoterm linear dan nonlinear, dimana adsorpsi APHB pada Mg/Al-LDH mengikuti isoterm Langmuir. Hal ini memberikan informasi bahwa situs aktif pada permukaan Mg/Al-LDH adalah homogen dan tidak terdapat interaksi antar

molekul APHB, sehingga adsorpsi APHB pada permukaan Mg/Al-LDH hanya membentuk satu lapisan. Berdasarkan model non linear isoterm Langmuir, diperoleh kapasitas Mg/Al-LDH untuk mengadsorpsi APHB adalah $62,16 \text{ mg g}^{-1}$, yang artinya per gram Mg/Al-LDH mengandung $62,16 \text{ mg g}^{-1}$ APHB, dengan nilai konstanta Langmuir (K_a) sebesar $0,31 \text{ L mg}^{-1}$.

Karakterisasi Mg/Al-LDH Terimobilisasi APHB

Analisis spektroskopi FTIR material hibrida Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB yang disintesis pada kondisi pH dan konsentrasi APHB optimum disajikan pada Gambar IV.11. Beberapa perbedaan terlihat pada spektra material Mg/Al-LDH sebelum dan sesudah diinteraksikan dengan APHB. Nampak bahwa terjadi perubahan pola spektra IR di bawah bilangan gelombang 1000 cm^{-1} yang berhubungan dengan ikatan logam-logam Mg atau Al dengan oksida (M-O) yang ada pada permukaan sejenis *brucite* (Mg/Al -OH). Hal ini mengindikasikan bahwa telah terjadi adsorpsi pada permukaan sejenis *brucite* yang bermuatan positif (Herald dkk., 2011).

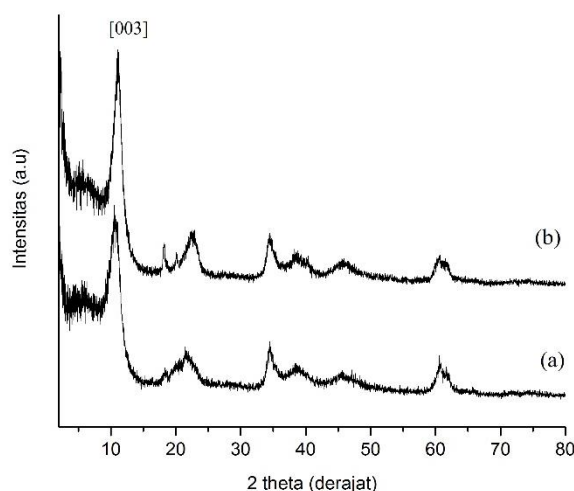
Pada Gambar 5 terlihat penurunan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3447 cm^{-1} yang menunjukkan pengurangan pada gugus hidroksi pada permukaan Mg/Al-LDH dan dari molekul H_2O yang terdapat pada daerah antar lapisnya. Hal ini mengindikasikan bahwa adsorpsi telah terjadi pada permukaan Mg/Al-LDH sehingga jumlah -OH berkurang. Pengurangan intensitas puncak serapan juga terjadi pada serapan *overtone* ion nitrat pada bilangan gelombang 1383 cm^{-1} yang diperkirakan adanya perubahan pada ion nitrat yang kemungkinan telah mengalami protonasi menjadi asam nitrat yang kemudian dapat larut dalam air [15].



Gambar 5. Spektra FTIR: (a) Mg/Al-LDH (b) Mg/Al-LDH terimobilisasi APHB

Gambar 5 juga menunjukkan munculnya puncak serapan baru pada beberapa bilangan gelombang. Seperti puncak serapan pada bilangan gelombang 1541 dan 1602 cm^{-1} yang masing-masing merupakan serapan vibrasi *stretching* C=C cincin aromatis dan vibrasi *stretching* asimetri R-COO⁻ dari anion APHB. Pada bilangan gelombang 1169 cm^{-1} terekam puncak serapan baru. Puncak serapan pada bilangan gelombang 1169 diperkirakan merupakan vibrasi *stretching* C-O dari gugus fenolat.

Karakterisasi dengan difraktometer XRD dimaksudkan untuk mengetahui perubahan puncak-puncak karakteristik pada Mg/Al-LDH sebelum dan sesudah adsorpsi APHB. Proses adsorpsi pada Mg/Al-LDH dapat terjadi melalui dua cara, yang pertama yaitu interaksi elektrostatis yang memanfaatkan muatan positif pada permukaan Mg/Al-LDH dengan muatan negatif yang ada pada adsorbat, yang kedua yaitu melalui pertukaran anion yang ada di daerah antar lapis. Dengan mengamati pergeseran *basal spacing* d_{003} pada Mg/Al-LDH maka secara tidak langsung dapat memberikan informasi apakah proses adsorpsi terjadi melalui pertukaran anion antar lapis atau tidak.



Gambar 6. Difraktogram XRD material: (a) Mg/Al-LDH dan (b) Mg/Al-LDH terimobilisasi AHB

Basal spacing d_{003} pada Mg/Al-LDH menunjukkan jarak daerah antar lapis. Jarak antar lapis tersebut tergantung pada jenis anion yang mengisi, sehingga dapat dijadikan indikasi apabila nilai *basal spacing* d_{003} mengalami perubahan yang signifikan, dimungkinkan telah terjadi pergantian anion (*anion exchange*) di daerah antar lapis. Apabila setelah proses adsorpsi nilai *basal spacing* d_{003} dari Mg/Al-LDH tidak berubah maka dimungkinkan adsorpsi AHB pada Mg/Al-LDH terjadi melalui interaksi elektrostatik yang memanfaatkan muatan positif pada permukaan Mg/Al-LDH.

Difraktogram hasil analisis material Mg/Al-LDH setelah adsorpsi AHB dengan XRD memperlihatkan harga sudut difraksi yang relatif sama dengan difraktogram Mg/Al-LDH sebelum adsorpsi (Gambar 6). Hal ini menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan struktur pada Mg/Al-LDH pasca adsorpsi. Perbedaan yang terlihat yaitu terjadi penurunan *basal spacing* d_{003} meskipun tidak terlalu signifikan yakni dari 8,11 menjadi 7,90. Berdasarkan data tersebut (Tabel 3) maka dapat dikatakan bahwa AHB hanya berada di permukaan Mg/Al-LDH dan tidak masuk ke daerah antar lapis. Penurunan *basal spacing* d_{003} Mg/Al-LDH dimungkinkan karena AHB mempunyai sifat hidrofilik yang menjadikannya mampu berinteraksi dengan baik terhadap H_2O . Hal tersebut dapat menjadi gaya dorong (*driving force*) AHB untuk menarik molekul H_2O yang ada di daerah antar lapis sehingga menurunkan nilai *basal spacing* d_{003} Mg/Al-LDH.

Tabel 3. Data harga $d(\text{\AA})/(2\theta)$ karakteristik Mg/Al-LDH sebelum dan sesudah adsorpsi AHB

Mg/Al-LDH	$d(\text{\AA})/(2\theta)$ (derajat)
Sebelum adsorpsi	8,11/ 10,90
	4,18/ 21,22
	2,59/ 34,48
	1,53/ 60,54
Setelah adsorpsi	7,90/ 11,19
	3,89/ 22,87
	2,60/ 34,37
	1,54/ 60,29

KESIMPULAN

Sintesis dan karakterisasi Mg/Al-LDH terimobilisasi asam para hidroksibenzoat telah berhasil dilakukan. Berdasarkan pola difraksi sinar-X, struktur material tersebut tidak mengalami peningkatan daerah antar lapis yang menunjukkan bahwa asam para hidroksibenzoat terimobilisasi di permukaan Mg/Al-LDH. Hal ini juga didukung oleh hasil identifikasi melalui spektroskopi FTIR bahwa terdapat gugus-gugus fungsi spesifik asam para hidroksibenzoat di material hibrida tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

- Gu, Z., Atherton, J.J. dan Xu, Z.P., "Hierarchical Layered Double Hydroxide Nanocomposite: Structure, Synthesis and Applications," *Chem. Commun.*, vol 2, pp. 1-13, 2010.
- Tong, Z., Shichi, T. dan Takagi, K., "Oxidation Catalysis of Manganese(III) Porphyrin Intercalated in Layered Double Hydroxide Clays," *Mater. Lett.*, vol 57, pp. 2258-2261, 2003.
- Ma, Shulan, Lu Hang, Lijio M., Yurina S., Saiful M. I., Pengli W., Li-Dong Z., Shichao W., Gerban S., Xiaojing Y., Mercouri G. K., "Efficient Uranium Captured by Polysulfide/Layered Double

- Hydroxide Composites,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol 137 (10), pp. 3670-3677, 2015
4. Feng, M. L., Debajit S., Xing-Hui Q., Ke-Zhou D., Xiao-Ying H., Mercouri G. K., “Efficient Removal and Recovery of Uranium by a Layered Organic-Inorganic Hybrid Thiostannate,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol 138 (38), pp. 12578-12585, 2016.
5. Fitriani, D., *Immobilisasi Asam Galat pada Mg/Al Hidrotalcite dan Aplikasinya untuk Removal AuCl₄*: Jurusan Kimia FMIPA UGM, 2013.
6. Maghfiroh, *Pengaruh Posisi Gugus Hidroksi Senyawa Turunan Asam Benzoat terhadap Pembentukan Nanopartikel Perak dari AgNO₃*: Jurusan Kimia FMIPA UGM, 2015.
7. Karoonian, F.S., Etesami, M. dan Mohamed, N., “Electrodeposition of Au on Reticulated Vitreous Carbon from Chloride Media by an Electrogenative Process,” *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol 7 (4), pp. 3059–3071, 2012.
8. Lin, Y.J., Li, D.Q., dan Duan, X., “Modulating Effect of Mg-Al-CO₃ Layered Double Hydroxide on the Thermal stability of PVC Resin,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol 88, pp. 286-293, 2015.
9. Klopprogge, J.T., Wharton, D., Hickey, L. dan Frost R, L., “Infrared and Raman Study of Interlayer Anions CO₃²⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻, and ClO₄⁻ in Mg/Al Hydrotalcite,” *Am. Min.*, vol 87, pp. 623-629, 2002.
10. Hickey, L., Klopprogge, J.T, dan Frost, R.L., “The effect of Various Hydrothermal Treatments on Magnesium-Aluminium Hydrotalcites,” *J. Mater. Sci.*, vol 35, pp. 4347-4353. 2000.
11. Xu, Z.P. dan Zeng, H.C., “Ionic Intercalations in Crystallite Growth of CoMgAl-Hydrotalcite-like Compounds,” *J. Chem. Mater.*, vol 13, pp. 4555-4563, 2001.
12. Stumm, W., dan Morgan, J. J., *Aquatic Chemistry: Chemical Equilibria in Natural Water*, 3rd ed.; John Wiley & Sons., Inc., 1996.
13. Herald, E., Santosa, S.J. dan Wijaya, K., “Synthesis of Mg/Al Hydrotalcite-like from Brine Water and Its Application for Methyl Orange Removal: A Preliminary Study,” *Makara Sains*, vol 15 (1), pp. 9–15, 2011.
14. Martin, M.J.S., Villa, M.V., and Camazano, M.S., “Glyphosate-Hydrotalcite Interaction as Influenced by pH,” *Clays Clay Miner.*, vol 47, pp. 777-783, 1999.
15. Rovita, E., *Immobilisasi Asam Salisilat pada Mg/Al-Hydrotalcite dan Aplikasinya untuk Adsorpsi-Reduksi AuCl₄*: Universitas Gadjah Mada, 2013